

JP2003119270

Title:
COPOLYESTER AND HEAT BONDING FIBER

Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a heat bonding fiber excellent in heat bonding properties at a low temperature to a polyethylene terephthalate and other polyester fibers and capable of providing a nonwoven fabric excellent in hue. **SOLUTION:** Starting materials for polymerization comprising an alkylene glycol terephthalate and an oligomer thereof and an alkylene glycol isophthalate and an oligomer thereof are heated in a glycol together with a specific titanium compound and a specific phosphorus compound as catalysts to give a deposit. Using the thus-obtained deposit, a copolyester comprising 50-90 mole% of an ethylene terephthalate unit and 5-50 mole% of an ethylene isophthalate unit, both based on the all recurring units of the copolyester, and having an intrinsic viscosity in the range of 0.35-0.60 is obtained. This copolyester is employed as an adhesive component in a heat bonding fiber.

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2003-119270

(P2003-119270A)

(43)公開日 平成15年4月23日(2003.4.23)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	サーチコード*(参考)
C 0 8 G 63/85		C 0 8 G 63/85	4 J 0 2 9
63/181		63/181	4 L 0 4 1
D 0 1 F 8/14		D 0 1 F 8/14	B

審査請求 未請求 請求項の数12 O L (全 8 頁)

(21)出願番号	特願2001-319176(P2001-319176)	(71)出願人	000003001 帝人株式会社 大阪府大阪市中央区南本町1丁目6番7号
(22)出願日	平成13年10月17日(2001.10.17)	(72)発明者	塚本 亮二 愛媛県松山市北吉田町7番地 帝人株式会 社松山事業所内
		(72)発明者	山本 智義 愛媛県松山市北吉田町7番地 帝人株式会 社松山事業所内
		(74)代理人	10007/263 弁理士 前田 純博

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 共重合ポリエステル及び熱接着性繊維

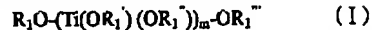
(57)【要約】

【課題】 ポリエチレンテレフタレートをはじめとするポリエステル繊維に対する低温での熱接着性に優れ、かつ色相に優れた不織布を提供することのできる熱接着性繊維を提供すること。

【解決手段】 テレフタル酸のアルキレングリコールエステル及びその低重合体とイソフタル酸のアルキレングリコールエステル及びその低重合体とを重合出発原料とし、触媒として特定のチタン化合物と特定のリン化合物とをグリコール中で加熱することにより得られた析出物を用いて、該共重合ポリエステルの全繰返し単位を基準として、50～90モル%をエチレンテレフタレート単位が占め、5～50モル%をエチレンイソフタレート単位が占め、固有粘度が0.35～0.60の範囲である共重合ポリエステルの得た後、これを熱接着性繊維における接着成分とする。

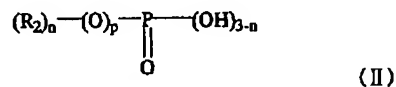
【特許請求の範囲】

【請求項1】 テレフタル酸のアルキレングリコールエステル及び又はその低重合体とイソフタル酸のアルキレングリコールエステル及び又はその低重合体とを重合出発原料とし、触媒の存在下に重縮合して共重合ポリエステルポリマーを得るに際し、該触媒として、下記式(I)で表されるチタン化合物と下記式(II)で表されるリン化合物とを、チタン元素のモル数に対するリン元素のモル数(P/Ti)が1～



(式中、 R_1, R_1', R_1'', R_1''' は2～10個の炭素原子を有するアルキル基を表し、 R_1, R_1', R_1'', R_1''' は互いに同一であっても異なってもどちらでもよい。 m は1～3の整数を表す。)

【化2】



(式中、 R_2 は炭素数2～18のアルキル基、又は炭素数6～20のアリール基であり、 p は0又は1であって、 p が1の時は n は1、 p が0の時は n は1又は2である。)

【請求項2】 式(II)中の p の数値が0であるリン化合物を用いる、請求項1記載の共重合ポリエステルの製造方法。

【請求項3】 リン化合物がモノアリールホスホン酸である請求項2記載の共重合ポリエステルの製造方法。

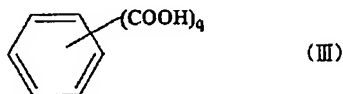
【請求項4】 式(II)中の p の数値が1であるリン化合物を用いる、請求項1記載の共重合ポリエステルの製造方法。

【請求項5】 リン化合物がモノアルキルホスフェートである、請求項4記載の共重合ポリエステルの製造方法。

【請求項6】 前記式(I)のチタン化合物が、チタンテトラアルコキシド類、オクタアルキルトリチタネート類、及びヘキサアルキルジチタネート類から選ばれるポリエステル製造用触媒を用いる、請求項1記載の共重合ポリエステルの製造方法。

【請求項7】 前記式(I)のチタン化合物を予め下記一般式(III)の多価カルボン酸及び/又はその酸無水物と反応モル比(2:1)～(2:5)の範囲の組成で反応せしめた後、前記式(II)のリン化合物と反応させる、請求項1記載の共重合ポリエステルの製造方法。

【化3】



(化3式中、 q は2～4の整数を表す)

4となる範囲とし、グリコール中で加熱することにより得られた析出物を用いて、該共重合ポリエステルの全繰返し単位を基準として、50～90モル%をエチレンテレフタレート単位が占め、5～50モル%をエチレンイソフタレート単位が占め、固有粘度が0.35～0.60の範囲である共重合ポリエステルの製造方法。

【化1】

【請求項8】 請求項1記載の方法によって得られた、含有チタン元素量が全ジカルボン酸成分に対し2～40ミリモル%の範囲にある、共重合ポリエステル。

【請求項9】 請求項8記載の共重合ポリエステルが少なくともその表面に露出するように配してなる熱接着性繊維。

【請求項10】 熱接着性繊維が、芯成分にポリエチレンテレフタレート系ポリエステルを配し、鞘成分に共重合ポリエステルの配した芯鞘型複合繊維である、請求項9記載の熱接着性繊維。

【請求項11】 熱接着性繊維が、芯成分にポリトリメチレンテレフタレート系ポリエステルを配し、鞘成分に共重合ポリエステルの配した芯鞘型複合繊維である、請求項9記載の熱接着性繊維。

【請求項12】 熱接着性繊維が、芯成分にポリブチレンテレフタレート系ポリエステルを配し、鞘成分に共重合ポリエステルの配した芯鞘型複合繊維である、請求項9記載の熱接着性繊維。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は共重合ポリエステル及び熱接着性繊維に関し、さらに詳しくは、特定のチタン化合物及びリン化合物を含むポリエステル製造用触媒を用いて得られる、色調に優れた共重合ポリエステル及び熱接着性繊維に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、不織布用途においては、その構成繊維としてポリエステル繊維が用いられる割合が大き

なってきたことに伴い、該ポリエステル繊維との熱接着性が良好なポリエステル系ポリマーを熱接着成分とする熱接着性繊維が望まれるようになってきている。

【0003】さらに、不織布等の製造においては、生産効率、省エネルギーの観点から、100～150℃の比較的低温で且つ短時間の熱処理で接着させる方法が多く用いられているため、特に低温で接着性の良好なポリエステル系熱接着性繊維が望まれている。

【0004】このようなポリエステル系ポリマーを重合する際に、重縮合反応段階で使用する触媒の種類によって、反応速度および得られるポリエステルの品質が大きく左右されることはよく知られている。ポリエチレンテレフタレート（PET）の重縮合触媒としては、アンチモン化合物が、優れた重縮合触媒性能を有し、かつ、色調の良好なポリエステルが得られるなどの理由から最も広く使用されている。

【0005】しかしながら、アンチモン化合物を重縮合触媒として使用した場合、ポリエステルの長時間にわたって連続的に溶融紡糸すると、口金孔周辺に異物（以下、単に口金異物と称することがある。）が付着堆積し、これが原因となって工程が不安定になる問題がある他、得られる繊維もアンチモン特有の黒ずんだ色相となる問題があり、さらに最終的に得られる不織布を食品用途に用いる時などには微量ではあるがアンチモンが溶出してくるという問題があった。

【0006】該アンチモン化合物以外の重縮合触媒として、チタンテトラブトキシドのようなチタン化合物を用いることも提案されているが、このようなチタン化合物を使用した場合、上記のような、口金異物堆積に起因する成形性の問題は解決できるが、得られたポリエステル自身が黄色く着色されており、また、溶融熱安定性も不良であるという新たな問題が発生する。

【0007】上記着色問題を解決するために、コバルト化合物をポリエステルの添加して黄味を抑えることが一般的に行われている。確かにコバルト化合物を添加することによってポリエステルの色調（b値）は改善することができるが、コバルト化合物を添加することによってポリエステルの溶融熱安定性が低下し、ポリマーの分解も起こりやすくなるという問題がある。

【0008】また、他のチタン化合物として、特公昭48-2229号公報には水酸化チタンを、また特公昭47-26597号公報にはα-チタン酸を、それぞれポリエステル製造用触媒として使用することが開示されている。しかしながら、前者の方法では水酸化チタンの粉

末化が容易でなく、一方、後者の方法ではα-チタン酸が変質し易いため、その保存、取り扱いが容易でなく、したがっていずれも工業的に採用するには適当ではなく、さらに、良好な色調（b値）のポリマーを得ることも困難である。

【0009】また、特公昭59-46258号公報にはチタン化合物とトリメリット酸とを反応させて得られた生成物を、また特開昭58-38722号公報にはチタン化合物と垂リン酸エステルとを反応させて得られた生成物を、それぞれポリエステル製造用触媒として使用することが開示されている。確かに、この方法によれば、ポリエステルの溶融熱安定性はある程度向上しているものの、得られるポリマーの色調が十分なものではなく、したがってポリマー色調のさらなる改善が望まれている。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、ポリエチレンテレフタレートをはじめとするポリエステル繊維に対する低温での熱接着性に優れ、かつアンチモンを含まず色相に優れた不織布を提供することのできる熱接着性繊維を提供することにある。

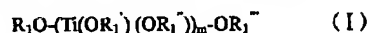
【0011】

【課題を解決するための手段】本発明者は、上記の目的を達成すべく前述の従来技術に鑑み鋭意検討した結果、本発明を完成するに至った。

【0012】すなわち、本発明の目的は、テレフタル酸のアルキレングリコールエステル及びその低重合体とイソフタル酸のアルキレングリコールエステル及びその低重合体とを重合出発原料とし、触媒の存在下に重縮合して共重合ポリエステルポリマーを得るに際し、該触媒として、下記式（I）で表されるチタン化合物と下記式（II）で表されるリン化合物とを、チタン元素のモル数に対するリン元素のモル数（P/Ti）が1～4となる範囲とし、グリコール中で加熱することにより得られた析出物を用いて、該共重合ポリエステルの全繰返し単位を基準として、50～90モル％をエチレンテレフタレート単位が占め、5～50モル％をエチレンイソフタレート単位が占め、固有粘度が0.35～0.60の範囲である共重合ポリエステルの製造方法によって達成される。

【0013】

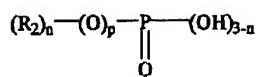
【化4】



（式中、 R_1, R_1', R_1'' は2～10個の炭素原子を有するアルキル基を表し、 R_1, R_1', R_1'' は互いに同一であっても異なっていてもどちらでもよい、 m は1～3の整数を表す。）

【0014】

【化5】



(II)

(式中、 R_2 は炭素数2～18のアルキル基、又は炭素数6～20のアリール基であり、 p は0又は1であって、 p が1の時は n は1、 p が0の時は n は1又は2である。)

【0015】

【発明の実施の形態】以下、本発明について詳細に説明する。

【0016】本発明の共重合ポリエステルは、該ポリエステルを構成する全ジカルボン酸成分を基準として、テレフタル酸成分が50～90モル%占めていることが必要である。該テレフタル酸成分が50モル%未満であると、得られるポリマーや繊維が融着、膠着を起こしやすくなる。一方、90モル%を越えると風合いが硬くなる他、接着性も低下する。

【0017】また、共重合ポリエステルを構成する全ジカルボン酸成分を基準としてイソフタル酸成分が5モル%未満であると、熱接着性が低下し好ましくない。また、50モル%を越えると、コスト的に不利となる他、共重合ポリエステルチップ、さらには得られる熱接着性繊維の製造時における融着が起りやすくなる。該イソフタル酸成分は7モル%以上50モル%以下であることが好ましく14モル%以上45モル%以下であることがさらに好ましい。

【0018】さらに、本発明の共重合ポリエステルは、該共重合ポリエステルを構成する全グリコール成分を基準としてエチレングリコール成分が90モル%以上占めていることが必要である。該エチレングリコール成分が90モル%未満であると、コスト的に高くなり好ましくない。該エチレングリコール成分の好ましい範囲は95モル%以上である。

【0019】本発明の共重合ポリエステルの固有粘度(オルトクロロフェノール溶液中35℃で測定)は、0.35～0.60の範囲にあることが必要である。該固有粘度が0.35より低いと、共重合ポリエステルの機械的特性が低下するので、最終的に得られる不織布等の熱接着処理製品における、融着部分の強度が不十分なものとなる。また、0.60よりも高いと、ポリマーの流動性が低下して、熱接着性能が低下する傾向がある。該共重合ポリエステルの固有粘度は0.40～0.60の範囲が好ましく、0.50～0.60の範囲がさらに好ましい。

【0020】本発明の共重合ポリエステルはその特性を損なわない範囲、好ましくは5モル%以下の範囲でテレフタル酸成分、イソフタル酸成分、エチレングリコール成分以外の成分を共重合していても良く、例えばナフタレンジカルボン酸、オルトフタル酸、ジフェニルジカルボン酸、ジフェニルエーテルジカルボン酸、ジフェニル

スルホンジカルボン酸、ベンゾフェノンジカルボン酸、フェニルインダンジカルボン酸、5-スルホキシイソフタル酸金属塩、5-スルホキシイソフタル酸ホスホニウム塩等の芳香族ジカルボン酸、アジピン酸、ヘプタン二酸、オクタン二酸、アゼライン酸、セバシン酸、ウンデカン二酸、ドデカン二酸等の脂肪族ジカルボン酸、シクロヘキサンジカルボン酸、ジクロヘキサジメチレンジカルボン酸等の脂環式ジカルボン、トリメチレングリコール、テトラメチレングリコール、ペンタメチレングリコール、ヘキサメチレングリコール、オクタメチレングリコール、デカメチレングリコール、ネオペンチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリテトラメチレングリコール等の脂肪族グリコール、シクロヘキサジオール、シクロヘキサジメタノール等の脂環式グリコール、 α -キシリレングリコール、 m -キシリレングリコール、 p -キシリレングリコール、1,4-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼン、1,4-ビス(2-ヒドロキシエトキシエトキシ)ベンゼン、4,4'-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ビフェニル、4,4'-ビス(2-ヒドロキシエトキシエトキシ)ビフェニル、2,2-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシ)フェニル]プロパン、2,2-ビス[4-(2-ヒドロキシエトキシエトキシ)フェニル]プロパン、1,3-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼン、1,3-ビス(2-ヒドロキシエトキシエトキシ)ベンゼン、1,2-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ベンゼン、1,2-ビス(2-ヒドロキシエトキシエトキシ)ベンゼン、4,4'-ビス(2-ヒドロキシエトキシ)ジフェニルスルホン、4,4'-ビス(2-ヒドロキシエトキシエトキシ)ジフェニルスルホン等の芳香族グリコール、ヒドロキノ、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、レゾルシン、カテコール、ジヒドロキシナフタレン、ジヒドロキシビフェニル、ジヒドロキシジフェニルスルホン等のジフェノール類等が挙げられる。これらは1種を単独で用いても2種以上を併用してもどちらでも良い。

【0021】本発明で用いられる共重合ポリエステル中には、必要に応じて少量の添加剤、例えば滑剤、顔料、染料、酸化防止剤、固相重合促進剤、蛍光増白剤、帯電防止剤、抗菌剤、紫外線吸収剤、光安定剤、熱安定剤、遮光剤、艶消剤等を含んでもよい。

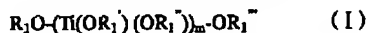
【0022】本発明の共重合ポリエステルは下記一般式

(I) で表されるチタン化合物と下記一般式 (II) で表されるリン化合物とをチタン元素のモル数に対するリン元素のモル数 (P/Ti) が 1~4 となる範囲の組成で反応せしめたチタン/リン反応物を用いて重合されて

いる必要がある。

【0023】

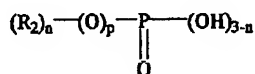
【化6】



(式中、 R_1, R_1', R_1'', R_1''' は 2~10 個の炭素原子を有するアルキル基を表し、 R_1, R_1', R_1'', R_1''' は互いに同一であっても異なってもどちらでもよい、 m は 1~3 の整数を表す。)

【0024】

【化7】



(II)

(式中、 R_2 は炭素数 2~18 のアルキル基、又は炭素数 6~20 のアリール基であり、 p は 0 又は 1 であって、 p が 1 の時は n は 1、 p が 0 の時は n は 1 又は 2 である。)

【0025】ここでチタン元素のモル数に対するリン元素のモル数 (P/Ti) が 1 より小さい場合、得られるポリエステルの色調が、不良になり、かつその耐熱性が低下することがあり好ましくなく、4 より大きい場合、ポリエステル生成反応に対する触媒活性が不十分になり好ましくない。チタン元素のモル数に対するリン元素のモル数 (P/Ti) は 1.2~3.5 の範囲が好ましく、1.5~3.0 の範囲がさらに好ましい。

【0026】また、チタン化合物成分 (I) とリン化合物成分 (II) との触媒調製は、エチレングリコール中で加熱反応されている必要があるが、反応方法としては例えばリン化合物 (II) からなる成分とエチレングリコールとを混合して、リン化合物成分の一部又は全部を溶媒中に溶解し、この混合液にチタン化合物成分 (I) を滴下し、反応系を 0℃~200℃の温度に 30 分以上、好ましくは 60~150℃の温度に 40~90 分間、加熱することによって行われる。この反応において、反応圧力については格別の制限はなく、通常常圧下で行われる。

【0027】ここで上記式 (I) で表されるチタン化合物としては例えば、チタンテトラブトキシド、チタンテトライソプロポキシド、チタンテトラプロポキシド、チタンテトラエトキシドなどのチタンテトラアルコキシドや、オクタアルキルトリチタネート、ヘキサアルキルジチタネート、アルキルチタネート、酢酸チタン等を挙げることができる。

【0028】また上記式 (II) で表されるリン化合物としては式中の p が 0 の場合は、例えば、フェニルホスホン酸、メチルホスホン酸、エチルホスホン酸、プロピルホスホン酸、イソプロピルホスホン酸、ブチルホスホン酸、トリルホスホン酸、キシリルホスホン酸、ピフェニルホスホン酸、ナフチルホスホン酸、アントリルホスホン酸、2-カルボキシフェニルホスホン酸、3-カル

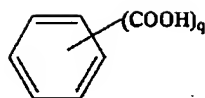
ボキシフェニルホスホン酸、4-カルボキシフェニルホスホン酸、2,3-ジカルボキシフェニルホスホン酸、2,4-ジカルボキシフェニルホスホン酸、2,5-ジカルボキシフェニルホスホン酸、2,6-ジカルボキシフェニルホスホン酸、3,4-ジカルボキシフェニルホスホン酸、3,5-ジカルボキシフェニルホスホン酸、2,3,4-トリカルボキシフェニルホスホン酸、2,3,5-トリカルボキシフェニルホスホン酸、2,3,6-トリカルボキシフェニルホスホン酸、2,4,5-トリカルボキシフェニルホスホン酸、2,4,6-トリカルボキシフェニルホスホン酸等を挙げることができるが、中でもモノアリールホスホン酸が好ましい。

【0029】また、 p が 1 の場合は例えば、モノメチルホスフェート、モノエチルホスフェート、モノトリメチルホスフェート、モノ n -ブチルホスフェート、モノヘキシルホスフェート、モノヘプチルホスフェート、モノノニルホスフェート、モノデシルホスフェート、モノドデシルホスフェート、モノフェニルホスフェート、モノベンジルホスフェート、モノ(4-ドデシル)フェニルホスフェート、モノ(4-メチルフェニル)ホスフェート、モノ(4-エチルフェニル)ホスフェート、モノ(4-プロピルフェニル)ホスフェート、モノ(4-ドデシルフェニル)ホスフェート、モノトリルホスフェート、モノキシリルホスフェート、モノビフェニルホスフェート、モノナフチルホスフェート、モノアントリルホスフェート等が挙げられる。

【0030】上記式 (I) で表されるチタン化合物は予め下記式 (III) の多価カルボン酸及び/又はその無水物と反応させて使用する方法も好ましく用いられる。その場合、チタン化合物と多価カルボン酸及び/又はその無水物の反応モル比は (2:1)~(2:5) の範囲が好ましい。特に好ましい範囲は (1:1)~(1:2) である。

【0031】

【化8】



(Ⅲ)

(化記式中、qは2～4の整数を表す)

【0032】本発明の共重合ポリエステルに含まれるチタン元素量は全ジカルボン酸成分に対し2～40ミリモル%の範囲にあるようにすることが好ましい。チタン元素量が2ミリモル%未満の場合は重合反応が遅くなり、40ミリモル%を超える場合は得られるポリエステルの色調が、不良になり、かつその耐熱性が低下することがあり好ましくない。チタン元素量は5～35ミリモル%の範囲が好ましく、10～30ミリモル%の範囲がさらに好ましい。

【0033】本発明の熱接着性繊維は、ポリエチレンテレフタレート系ポリエステル、ポリブチレンテレフタレート系ポリエステルあるいはポリトリメチレンテレフタレート系ポリエステルからなる群から選ばれた少なくとも一種のポリエステルと上記共重合ポリエステルとからなる複合繊維であることが好ましい。

【0034】ここで、ポリエチレンテレフタレート系ポリエステルとは、該ポリエステルの全繰り返し単位を基準として、エチレンテレフタレート繰り返し単位が90モル%以上、好ましくは95モル%以上、ポリトリメチレンテレフタレート系ポリエステルとは、該ポリエステルの全繰り返し単位を基準として、トリメチレンテレフタレート繰り返し単位が90モル%以上、好ましくは95モル%以上、ポリブチレンテレフタレート系ポリエステルとは、該ポリエステルの全繰り返し単位を基準として、ブチレンテレフタレート繰り返し単位が、90モル%以上、好ましくは95モル%以上を占めるポリエステルを夫々いう。これらポリエステル中にはそのポリエステル自身の特性を損なわない範囲で別の共重合成分が共重合されていても良い。

【0035】本発明の熱接着性繊維に使用するポリエチレンテレフタレート系ポリエステル、ポリトリメチレンテレフタレート系ポリエステル、ポリブチレンテレフタレート系ポリエステルについてもチタン触媒で重合されていることが好ましく、特にポリエチレンテレフタレート系ポリエステルについては、上述した本発明の熱接着繊維用ポリエステルに使用されるチタン化合物を用いて製造することが好ましい。

【0036】本発明の熱接着性繊維に使用するポリエチレンテレフタレート系ポリエステル、ポリトリメチレンテレフタレート系ポリエステル、ポリブチレンテレフタレート系ポリエステルの固有粘度は通常繊維やフィルム、ボトル等の成形品に使用される0.50～1.00のものが用いられる。

【0037】本発明の熱接着性繊維において、接着成分として配される共重合ポリエステルは、少なくとも該複合繊維表面に露出する必要がある、該表面の40%以上を占めているように露出していることが好ましい。共重合ポリエテルが複合繊維表面に露出していない場合には、接着効果が得られないので不適当である。なお、複合繊維の任意の横断面における共重合ポリエステルの面積率は、好ましくは10～70%、より好ましくは30～70%、特に好ましくは30～50%である。

【0038】このような複合形態を持つ複合繊維としては、芯鞘型複合繊維、偏芯型複合繊維、サイドバイサイド型複合繊維等の形態を採り得ることができる。芯鞘型複合繊維の場合、共重合ポリエステルの鞘成分として配し、ポリエチレンテレフタレート系ポリエステル、ポリブチレンテレフタレート系ポリエステル、あるいはポリトリメチレンテレフタレート系ポリエステルのいずれかを芯成分として配した芯鞘型複合繊維が特に好ましい。また、芯鞘型複合繊維の場合で共重合ポリエステルの芯成分に用いる場合は、偏芯型とし該芯成分が繊維表面に少なくとも露出するように配する必要がある。さらに、サイドバイサイド型複合繊維としても好ましく使用することが出来る。

【0039】本発明の熱接着性繊維は、この熱接着性繊維のみの集合体とした後、不織布となしてもよいが、通常は、該熱接着性繊維を10重量%以上含む他繊維との混合繊維集合体とした後、不織布として用いられる。

【0040】本発明の熱接着性繊維は、ポリエステル繊維を熱接着させて不織布を製造する際に使用するのに適しているが、その他の熱接着用途、例えば、クッション材料、詰め綿等にも広く用いることができる。

【0041】

【実施例】以下、実施例を挙げてさらに具体的に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。なお実施例中の部は重量部を示す。また各種特性は下記の方法により評価した。

(1) 固有粘度：オルトクロルフェノールを溶媒として35℃で測定し、その相対粘度から常法により求めた。

(2) 色調(L値及びb値)：ポリマー試料を290℃、真空下で10分間熔融し、これをアルミニウム板上で厚さ3.0±1.0mmのプレートに成形後ただちに氷水中で急冷し、該プレートを160℃、1時間乾燥結晶化処理後、色差計調整用の白色標準プレート上に置き、プレート表面のハンターL値及びb値を、ミノルタ社製ハンター型色差計CR-200を用いて測定した。L値は明度を示し、その数値が大きいほど明度が高いことを示し、b値はその値が大きいほど黄着色の度合いが大きいことを示す。

(3) 金属元素含有量：リガク社製蛍光X線測定装置3270を用いて測定した。

(4) 接着強度：JIS L1096記載の方法に準拠

して、つかみ間隔10cm、伸長速度20cm/分に引張破断力を測定した。接着強度は、引張破断力を試験片重量で除した値とした。

【0042】[参考例1] エチレングリコール131重量部中にフェニルホスホン酸3.6重量部を120℃に10分間加熱して溶解した。このエチレングリコール溶液134.5重量部に、さらにエチレングリコール40重量部を加えた後、これにチタンテトラブトキシド3.8重量部を溶解させた。得られた反応系を120℃で60分間攪拌し、チタン化合物とフェニルホスホン酸とを反応させ、反応生成物を含む触媒の白色スラリーを得た。この触媒スラリーのチタン含量は0.3重量%であった。

【0043】[参考例2] エチレングリコール2.5重量部に無水トリメリット酸0.8重量部を溶解し、この溶液にチタンテトラブトキシド0.7重量部（無水トリメリット酸のモル量を基準として0.5モル%）を滴下し、この反応系を空气中、常圧下、80℃に60分間保持してチタンテトラブトキシドと無水トリメリット酸とを反応させ、反応生成物を熟成させた。その後反応系を常温に冷却し、これにアセトン15重量部を加え、析出物をNo.5ろ紙で濾過し、採取し、これを100℃の温度で2時間乾燥した。得られた反応生成物のチタン含有量は11.2重量%であった。

【0044】次に、エチレングリコール131重量部中にフェニルホスホン酸3.6重量部を120℃に10分間加熱して溶解した。このエチレングリコール溶液134.5重量部に、さらにエチレングリコール40重量部を加えた後、これに上記チタン化合物5.0重量部を溶解させた。得られた反応系を120℃で60分間攪拌し、チタン化合物とフェニルホスホン酸とを反応させ、反応生成物を含む触媒の白色スラリーを得た。この触媒スラリーのチタン含量は0.3重量%であった。

【0045】[参考例3] エチレングリコール131重量部中にモノ-n-ブチルホスフェート3.5重量部を120℃に10分間加熱して溶解した。このエチレングリコール溶液134.5重量部に、さらにエチレングリコール40重量部を加えた後、これにチタンテトラブトキシド3.8重量部を溶解させた。得られた反応系を120℃で60分間攪拌し、チタン化合物とモノ-n-ブチルホスフェートとを反応させ、反応生成物を含む触媒の白色スラリーを得た。この触媒スラリーのチタン含量は0.3重量%であった。

【0046】[参考例4] エチレングリコール2.5重量部に無水トリメリット酸0.8重量部を溶解し、この溶液にチタンテトラブトキシド0.7重量部（後記ポリエステル製造に用いられる無水トリメリット酸のモル量を基準として0.5モル%）を滴下し、この反応系を空气中、常圧下、80℃に60分間保持してチタンテトラブトキシドと無水トリメリット酸とを反応させ、反

応生成物を熟成させた。その後反応系を常温に冷却し、これにアセトン15重量部を加え、析出物をNo.5ろ紙で濾過し、採取し、これを100℃の温度で2時間乾燥した。得られた反応生成物のチタン含有量は11.2重量%であった。

【0047】次に、エチレングリコール131重量部中にモノ-n-ブチルホスフェート3.5重量部を120℃に10分間加熱して溶解した。このエチレングリコール溶液134.5重量部に、さらにエチレングリコール40重量部を加えた後、これに上記チタン化合物5.0重量部を溶解させた。得られた反応系を120℃で60分間攪拌し、チタン化合物とモノ-n-ブチルホスフェートとを反応させ、反応生成物を含む触媒の白色スラリーを得た。この触媒スラリーのチタン含量は0.3重量%であった。

【0048】[実施例1] テレフタル酸60部、イソフタル酸40部、エチレングリコール45部を240℃においてエステル化反応させ、次いで得られた反応生成物を精留塔付き重縮合用フラスコへ入れ、20%の酸化チタンエチレングリコールスラリーを1.7部、重縮合触媒として参考例1で製造したスラリー1.92重量部（テレフタル酸とイソフタル酸との合計量を基準として、チタン原子量換算で20ミリモル%）及び整色剤としてテラゾールブルー0.0001重量部を加え、得られた反応系を温度285℃、30Paの高真空下で重縮合反応を行い、常法に従いチップ化した。得られたポリマーの固有粘度は0.570であった。結果を表1に示す。

【0049】[実施例2～4、比較例1] 実施例1において、触媒を表1記載のとおりに変更したこと以外は実施例1と同様に行った。

【0050】[参考例5] 実施例1において、イソフタル酸を用いることなく、テレフタル酸を100部使用したこと以外は同様の操作を行って、固有粘度0.62のポリエチレンテレフタレートを得た。

【0051】[実施例5] 実施例1の操作で得られた共重合ポリエステルを鞘成分とし、参考例5で製造したポリエチレンテレフタレートを芯成分として、鞘/芯=50/50（重量比）で芯鞘型複合紡糸口金から熔融吐出し、800m/分の速度で引き取った。この際、鞘成分の熔融温度は240℃、芯成分の熔融温度は280℃とした。

【0052】得られた未延伸糸を延伸温度60℃、延伸倍率3.0倍で延伸し、さらに撓縮率10%の撓縮を与えた。次いで、得られた撓縮糸条を51mmの長さに切断して、5d texの熱接着性繊維を得た。

【0053】繊維の横断面における共重合ポリエステルの面積率は、50%であり、紡糸、延伸中に繊維間の膠着はなく、安定に製造することができた。

【0054】この熱接着性繊維20重量部と、カット長

51mmのポリエチレンテレフタレート短繊維80重量部とを混綿し、130℃で接着熱処理して、不織布を得た。不織布製造中に熱接着性繊維が装置に粘着することはなく、工程性は良好であった。また、得られた不織布の接着強度は195N/gであった。

【0055】[実施例6] 鞘の熱接着性ポリエステルを実施例4で得られたポリエステルにしたこと以外は実施例5と同様に行った。不織布製造中に熱接着性繊維が装置に粘着することなく、工程性は良好であった。また、得られた不織布の接着強度は200N/gであった。

【0056】[実施例7] 芯のポリエステルをポリブチ

レンテレフタレートにしたこと以外は実施例5と同様に行った。不織布製造中に熱接着性繊維が装置に粘着することなく、工程性は良好であった。また、得られた不織布の接着強度は165N/gであった。

【0057】[実施例8] 芯のポリエステルをポリトリメチレンテレフタレートにしたこと以外は実施例5と同様に行った。不織布製造中に熱接着性繊維が装置に粘着することなく、工程性は良好であった。また、得られた不織布の接着強度は180N/gであった。

【0058】

【表1】

	添加 触媒量		固有粘度	色 相		金属分析
	種類	量 (mmol%)		L	h	Sb (ppm)
実施例1	参考例1	20	0.570	77.7	4.4	0
実施例2	参考例2	20	0.572	77.2	4.7	0
実施例3	参考例3	20	0.571	77.4	4.6	0
実施例4	参考例4	20	0.575	77.9	4.8	0
比較例1	Sb ₂ O ₃	20	0.577	72.5	4.3	240

【0059】

【発明の効果】本発明の共重合ポリエステルは色相が良好で、得られた繊維はポリエチレンテレフタレートをは

じめとするポリエステル繊維に対する低温での熱接着性能が優れていると同時に、得られる不織布の風合いにも優れ幅広い不織布用途に有用に用いることが出来る。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4J029 AA03 AB04 AC02 AD01 AE02
BA03 CB05A CB06A HA01
HB01 HB02 JB131 JC571
JC581 JC591 JC751 JF321
KB02 KE02 KE03
4L041 AA20 BA02 BA05 BA21 BA49
BD03 BD11 CA06 CA07 CA12
CA62 DD05 EE01